

51

Int. Cl. 3:

G 01 N 21/74

19

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 27 45 148 B 2

11

Auslegeschrift 27 45 148

21

Aktenzeichen: P 27 45 148.5-52

22

Anmeldetag: 7. 10. 77

43

Offenlegungstag: 12. 4. 79

44

Bekanntmachungstag: 11. 12. 80

30

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung: Meßküvette für Atomabsorptionsspektrometer

71

Anmelder: Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co GmbH, 7770 Überlingen

72

Erfinder: Huber, Bernhard, 7770 Überlingen

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
Nichts ermittelt

1. Meßküvette für Atomabsorptionsspektrometer zur Bestimmung von Substanzen, die flüchtige Hydride bilden, mit einem rohrförmigen, an den Enden offenen Küvettenkörper aus wärmebeständigem Material, welcher in seinem mittleren Bereich einen Anschluß zum Einleiten eines Meßgases aufweist und welcher von einer Heizung mantelförmig umgeben ist, dadurch gekennzeichnet, daß an dem Küvettenkörper (1) beiderseits der mantelförmigen Heizung (3) unbeheizte Endrohre (4) angebracht sind.

2. Meßküvette nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Endrohre (4) von gesonderten, auf die Enden des rohrförmigen Küvettenkörpers (1) aufgesteckten Bauteilen gebildet sind.

3. Meßküvette nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Endrohre (4) aus hitzebeständigem, schlecht wärmeleitendem Material bestehen.

4. Meßküvette nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Endrohre (4) aus Quarz bestehen.

5. Meßküvette nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Endrohre (4) aus Keramik bestehen.

6. Meßküvette nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Endrohre (4) aus Graphit bestehen.

7. Meßküvette nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge der Endrohre (4) nicht kleiner als 25 mm ist.

Die Erfindung betrifft eine Meßküvette für Atomabsorptionsspektrometer zur Bestimmung von Substanzen, die flüchtige Hydride bilden, mit einem rohrförmigen, an den Enden offenen Küvettenkörper aus wärmebeständigem Material, welcher in seinem mittleren Bereich einen Anschluß zum Einleiten eines Meßgases aufweist und welcher von einer Heizung mantelförmig umgeben ist.

Es ist bekannt, aus gelösten, Hydridbildner wie Arsen oder Selen enthaltenden Substanzen durch Zusatz geeigneter Reagenzien die flüchtigen Hydride zu erzeugen und die Hydride in eine an den Enden offenen, beheizte Meßküvette eines Atomabsorptionsspektrometers zu leiten. In der beheizten Meßküvette zersetzen sich die Hydride, so daß die Substanzen, die mittels Atomabsorptionsspektroskopie bestimmt werden sollen, in atomarem Zustand auftreten. Außerdem entsteht dabei Wasserstoff.

Die Meßküvetten bestehen üblicherweise aus einem rohrförmigen Küvettenkörper aus wärmebeständigem Material, z. B. Quarz, welches in der Mitte einen seitlichen Anschlußstutzen zur Einleitung eines Meßgases aufweist. Der Küvettenkörper ist von einer Heizung, z. B. einer elektrischen Heizwicklung, mantelförmig umgeben. Die Meßküvette wird auf eine Temperatur erhitzt, die in der Mitte etwa 1000°C beträgt. Dabei tritt die Schwierigkeit auf, daß der gebildete heiße Wasserstoff sich entzündet, sobald er an den Enden der Meßküvette austritt und mit der Luft in Berührung kommt. Die dabei auftretenden Flammen stören die

Messung, da sie in dem Bereich unter 200 nm absorbieren, also in dem Bereich, in welchem sich beispielsweise die Absorptionslinien von Arsen (193,7 nm) und Selen (196 nm) befinden, so daß die Flammen eine unspezifische Absorption bewirken.

Es ist bekannt, das Zünden einer solchen Wasserstoff-Flamme durch eine Argon-Querströmung zu verhindern (K. C. Thompson and D. R. Thomerson, Analyst, Sept. 1974, Bd. 99). Ein solches Verfahren ist jedoch sehr aufwendig.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Meßküvette der eingangs definierten Art so auszubilden, daß mit einfachen Mitteln das Zünden des gebildeten Wasserstoffs und die Bildung von Flammen an den Küvettenenden vermieden wird.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß an dem Küvettenkörper beiderseits der mantelförmigen Heizung ungeheizte Endrohre angebracht sind.

Es hat sich gezeigt, daß beim Durchströmen der unbeheizten Endrohre eine Abkühlung des Wasserstoffs auf eine unterhalb seiner Zündtemperatur von etwa 500°C liegende Temperatur möglich ist, so daß der Wasserstoff sich nicht mehr entzündet, wenn er beim Austritt aus den Endrohren mit der Luft in Berührung kommt.

Die Endrohre können mit dem Küvettenkörper aus einem Rohrstück bestehen, dessen Enden sich in einem die erwähnte Abkühlung zulassendem Maße über die Enden der Heizung hinauserstrecken. Es ist aber vorteilhaft, wenn die Endrohre von gesonderten, auf die Enden des rohrförmigen Küvettenkörpers aufgesteckten Bauteilen gebildet sind. Ein Vorteil einer solchen Anordnung besteht darin, daß die Endrohre einen größeren Durchmesser als der Küvettenkörper besitzen und daher keine Vignettierung des Meßstrahlenbündels des Atomabsorptionsspektrometers eintritt.

Ein Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemäßen Meßküvette ist in der Zeichnung im Längsschnitt dargestellt und im folgenden beschrieben.

Mit 1 ist der rohrförmige Küvettenkörper bezeichnet, welcher in der Mitte einen seitlichen Anschlußstutzen 2 aufweist. Um den Küvettenkörper 1 herum ist eine mantelförmige Heizung 3 in Form einer elektrischen Heizwicklung vorgesehen, durch welche der Küvettenkörper 1 in der Mitte auf eine Temperatur von etwa 1000°C aufheizbar ist. Auf die Enden des Küvettenkörpers 1 sind beiderseits der Heizung 3 Endrohre 4 aufgesteckt, die als von dem Küvettenkörper 1 gesonderte Bauteile ausgebildet sind. Diese Endrohre 4 sind nicht durch eine Heizung beheizt und so lang ausgebildet, daß in ihnen eine Abkühlung der ausströmenden Gase einschließlich des gebildeten Wasserstoffs auf eine Temperatur unterhalb etwa 500°C erfolgt.

Der Küvettenkörper 1 kann beispielsweise aus Quarz bestehen.

Die Endrohre 4 bestehen aus hitzebeständigem, schlecht wärmeleitendem Material, beispielsweise Quarz, Keramik oder Graphit.

Bei dem dargestellten Ausführungsbeispiel ragen die Endrohre 4 jeweils um eine Länge von 32 mm über das Ende des Küvettenkörpers 1 hinaus. Es wurden jedoch auch erfolgreiche Versuche mit Endrohren 4 aus Graphit durchgeführt, die eine Länge von 25 mm und einen Innendurchmesser von 12,5 mm besaßen.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

